

RF プラズマ処理による鉄箔の窒化の試み

日大生産工 ○矢澤翔大 江頭雅之 工藤祐輔 黒岩孝 新妻清純

1 まえがき

近年、レアアース問題が深刻となっている。レアアースはレアメタルの一種であり、希土類に分類される元素の総称である。しかし、レアアースは算出国が偏在しており、政治的リスクが高い。特に中国に大きく依存していることが知られている。また、分離・回収の際に有機溶剤を使用する、放射性物質（ウラン・トリウム）が発生するなど、環境負荷も大きな問題となっている。

そこで、代替材料として鉄と窒素といった資源が豊富な元素から成る窒化鉄が再び注目されている。1972 年東北大学の Kim, 高橋らによって巨大磁化を持つ鉄と窒化鉄（ $\alpha''\text{-Fe}_{16}\text{N}_2$ ）の混合物が真空蒸着法にて生成されたことが報告された。それ以来分子線エピタキシー法、スパッタ法、イオン注入法など様々な方法で窒化鉄薄膜の生成の研究がなされてきた。しかし、これらの方法で作製される窒化鉄は薄膜や粉末であるので工業的応用を行うにあたっては課題があった。そこで大量に窒化鉄を生成することができるバルクを用いた生成法に注目がされている。

バルクにて窒化鉄を作製する方法として本研究ではプラズマ照射による窒化に着目している。本研究では以前より直流プラズマによる鉄箔の窒化を試み、 $\alpha''\text{-Fe}_{16}\text{N}_2$ を含む様々な窒化鉄（ Fe_2N , Fe_4N 等）の生成に成功している。しかし、 $\alpha''\text{-Fe}_{16}\text{N}_2$ を安定して生成することが困難であった。そこで RF プ

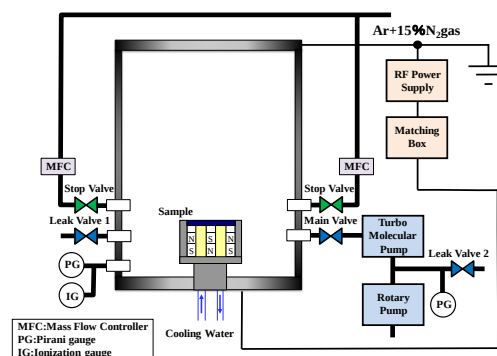


Fig.1 Schematic diagram of nitrogen RF plasma processing.

ラズマ装置を組み、鉄箔にプラズマ照射することで窒化鉄の生成を試みた。本研究ではプラズマ処理の際の入力電力について検討した。

2 実験方法および評価方法

本研究で使用した窒素プラズマ処理装置の概要図を Fig.1 に示す。まず、チャンバー内を 1.0×10^{-4} Pa 以下に高真空排気した。ステンレス(SUS304)の板に、厚さ $20 \mu\text{m}$ の 99 %鉄箔基板をのせた。また、プラズマ密度を高めるため、ステンレス板の下にネオジウム磁石（300mT）を配置した。Ar + 15% N₂ ガスを用いてプラズマ照射し、処理時間は 1 分とした。入力電力は 20 ～ 150W とした。

試料評価方法として、結晶構造解析には Cu-K α を線源とする X 線回折装置(XRD)、磁化特性の測定には振動試料型磁力計 (VSM) を用いた。

Attempt of Nitriding of Iron Foil Irradiated with RF Plasma.

Shota YAZAWA Masayuki EGASHIRA Yusuke KUDO
Takashi KUROIWA Kiyozumi NIIZUMA

3 実験結果

プラズマ処理時に入力電力を変化させたときの XRD による結晶構造解析結果を Fig.2 に示す。下から順に処理を行っていない鉄箔、入力電力 20 ～ 150 W を示している。処理を行っていない鉄の結果から 45, 65, 82° 付近にピークが確認できる。これは体心立方格子を持つ鉄のピークを示している。プラズマ処理を行った試料から 42, 50, 72° 付近にピークが確認できた。これは γ オーステナイトである窒化鉄が生成されたことによるものと考えられる。プラズマ処理を行った試料からも処理を行っていない鉄と同じ位置からピークが確認できることから、試料全体は窒化鉄になっておらず表面のみが窒化鉄になっていると考えられる。また、入力電力を高くしていくと 42° のピークが高くなっていくことが確認でき、100 W の際には 45° の鉄の第一ピークよりも強く出ていることが確認できた。しかし、150 W で処理した場合にはピークが小さくなっている。これは投入する電力が高く試料温度が高くなりすぎたために窒素が抜けたことによる現象と考えられる。

Fig.3 に入力電力を変化させたときの飽和磁化値 Ms と保磁力 Hc の関係を示す。プラズマ処理を行った試料すべてが飽和磁化値、保磁力共に減少傾向にあった。 γ オーステナイトは常磁性を示すので飽和磁化値が減少したものと考えられる。保磁力は窒化鉄が生成されると一般的に上昇する傾向があるが、処理が行われていない鉄箔は圧延加工により応力が付与されて一般的に知られている鉄の保磁力 (2 Oe 程度) より高くなる傾向が多いことからこのような現象が起きたと考えられる。処理を行っていない鉄箔よりプラズマ処理を行った試料の保磁力が減少した原因として、プラズマ処理による熱処理がなされ応力緩和し Hc が減少したと考えられる。

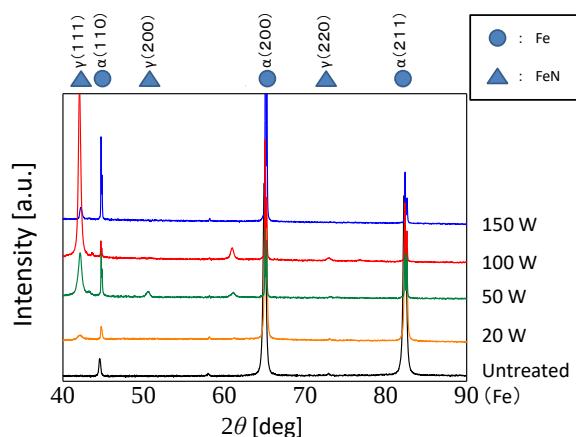


Fig.2 Dependence of X-ray diffraction patterns of Fe films under various input electric powers.

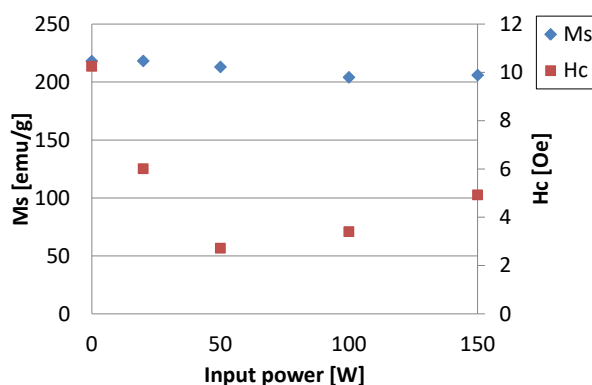


Fig.3 Dependence of Ms and Hc of Fe films under various input electric powers.

4 まとめ

本研究では RF プラズマ処理装置を組み窒化鉄の生成を試みた。結果から窒化鉄の生成には成功した。今後はプラズマ処理条件に付いてさらなる検討が必要と考える。

参考文献

- 1) T.K.Kim and M.Takahashi : Appl.Phys.Lett., 20(1972),p.492
- 2) Niizuma et al. Formation of α'' -Fe₁₆N₂ foil by nitrogen plasma irradiation, Vacuum 73 (2004) pp499-503